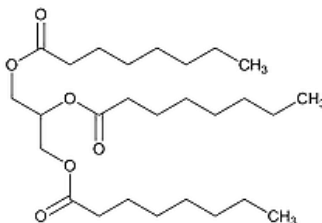


附件：三辛酸甘油酯标准草案公示稿

三辛酸甘油酯

Sanxinsuan Ganyouzhi

Glyceryl Tricaprylate



$C_{27}H_{50}O_6$ 470.68

[538-23-8]

本品为以三辛酸甘油酯为主的饱和脂肪酸三甘油酯。含 $C_{27}H_{50}O_6$ 不得少于 90.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄清液体。

酸值 本品的酸值（通则 0713）应不大于 0.2。

羟值 本品的羟值（通则 0713）应不大于 10.0。

过氧化值 本品的过氧化值（通则 0713）应不大于 1。

皂化值 本品的皂化值（通则 0713）应为 340~370。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 游离甘油 取含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液。

另取甘油对照品适量，精密称定，加四氢呋喃溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液，作为对照品溶液。

照分子排阻色谱法（通则 0514）试验，用苯乙烯-二乙烯基苯共聚物为填充剂（7.8mm×300mm，5.0 μ m 的两根色谱柱串联或效能相当的色谱柱）；以四氢呋喃为流动相；示差折光检测器。

精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，含游离甘油不得过 0.5%。

碱性杂质 取本品 2.0g，加乙醇 15ml，乙醚 30ml 温热使溶解，加溴酚蓝指示液 0.05ml，用盐酸滴定液（0.01mol/L）滴定至上层液显黄色，消耗盐酸滴定液（0.01mol/L）的体积不得过 0.4ml。

水分 取本品，照水分测定法（通则 0832 第一法 2）测定，含水分不得过 0.2%。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查 (通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

脂肪酸组成 取本品约 0.1g, 置 50ml 回流瓶中, 加 0.5mol/L 氢氧化钠甲醇溶液 2ml, 在水浴中加热回流 30 分钟, 放冷, 加 14% 三氟化硼甲醇溶液 2ml, 在水浴中继续加热回流 30 分钟, 放冷, 加正庚烷 4ml, 继续加热回流 5 分钟后, 放冷, 加饱和氯化钠溶液 10ml, 摇匀, 静置使分层, 取上层液, 用水洗涤 3 次, 每次 2ml, 上层液经无水硫酸钠干燥, 作为供试品溶液。

分别取己酸甲酯、辛酸甲酯、癸酸甲酯与月桂酸甲酯对照品适量, 加正庚烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含己酸甲酯 0.1mg、辛酸甲酯 9.0mg、癸酸甲酯 0.5mg、月桂酸甲酯 0.1mg 的溶液, 作为对照品溶液。

照气相色谱法 (通则 0521) 试验, 以键合聚乙二醇 (或极性相近) 为固定液的毛细管柱为色谱柱, 起始温度为 50℃, 以每分钟 20℃ 的速率升温至 180℃, 再以每分钟 9℃ 的速率升温至 240℃, 维持 12 分钟; 进样口温度为 250℃, 检测器温度为 250℃。取对照品溶液 2μl 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 辛酸甲酯峰与癸酸甲酯峰的分离度应不小于 4.0。取供试品溶液 2μl 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 按面积归一化法计算, 含辛酸不得少于 90.0%, 己酸不得过 1.0%, 癸酸不得过 5.0%, 月桂酸不得过 1.0%。

细菌内毒素 (供注射用) 取本品, 依法检查 (通则 1143), 每 1ml 三辛酸甘油酯中含内毒素的量应小于标示量。

【含量测定】 照气相色谱法 (通则 0521) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 用 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷 (或极性相近) 为固定液的毛细管柱为色谱柱 (15m×0.32mm, 0.1μm 或效能相当的色谱柱), 起始温度为 60℃, 维持 3 分钟, 以每分钟 8℃ 的速率升温至 340℃, 维持 12 分钟; 进样口温度为 350℃, 检测器温度为 370℃。取单辛酸甘油酯与单癸酸甘油酯对照品各适量, 加四氢呋喃溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 20mg 的混合溶液, 作为系统适用性溶液, 精密量取 1μl 注入气相色谱仪, 记录色谱图, 单辛酸甘油酯峰与单癸酸甘油酯峰的分离度应不小于 5.0。

测定法 取本品适量, 精密称定, 加四氢呋喃溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液, 作为供试品溶液, 精密量取 1μl 注入气相色谱仪, 记录色谱图; 另取三辛酸甘油酯对照品, 同法测定, 按下式计算三辛酸甘油酯的含量, 供试品溶液色谱图中小于单辛酸甘油酯峰保留时间的溶剂峰和游离脂肪酸峰忽略不计。

$$\text{游离脂肪酸 (D)} = \frac{\text{酸值} \times 144.21}{561.1}$$

$$\text{三辛酸甘油酯}(\%) = \frac{r_U}{r_T} \times (100 - A - B - D)$$

式中 A 为游离甘油项下测定结果, %;

B 为水分项下测定结果, %;

D 为游离脂肪酸计算结果, %;

r_U 为三辛酸甘油酯的峰面积;

r_T 为除溶剂峰和游离脂肪酸峰外所有色谱峰的峰面积。

【类别】 润滑剂、乳化剂、载体材料等。

【贮藏】 遮光, 密封, -20°C 保存。

【标示】 应标明本品每 ml 中含内毒素的量应小于的标示量。

注: 本品在乙醇或二氯甲烷中极易溶解, 在甲醇中易溶, 在水中几乎不溶。

起草单位: 上海市食品药品检验研究院、浙江工业大学

联系电话: 021--50798175

复核单位: 中国食品药品检验研究院

三辛酸甘油酯标准草案起草说明

一、结构式、CAS 号、分子式和分子量

均参考美国药典拟订。

二、性状

外观根据所收集样品的实际测定情况拟订, 酸值、羟值、过氧化值、皂化值均采用 2020 年版中国药典通则 0713 脂肪与脂肪油测定法项下方法。

三、鉴别

以含量测定项下结果为依据拟订。

四、游离甘油

美国药典采用氧化还原反应显色滴定法测定游离甘油, 专属性较差, 拟订标准采用了建立的专属性较强的 HPLC-RID 法测定游离甘油。

五、碱性杂质、水分、炽灼残渣

均参考美国药典拟订。其中水分拟订为更适用于含微量水分的酯类物质测定的库伦法。

六、脂肪酸组成

样品前处理、限度和气相色谱条件均参考美国药典拟订; 美国药典采用校正因子法, 经比

对与面积归一化法结果基本一致，考虑对照品易得性及计算简便性，拟订草案采用面积归一化法。

七、细菌内毒素（供注射用）

根据药典委药用辅料细菌内毒素及热原检查法设定思路进行拟订。

八、含量测定

参考美国药典采用气相色谱-面积归一化法进行测定，其中定位用单辛酸甘油酯和三辛酸甘油酯标准研究时均采用 USP 对照品。

九、类别、贮藏、标示

类别参考美国药典拟订，贮藏参考所收集样品情况拟订，标示与草案中细菌内毒素项目相对应。

十、注

参考美国药典溶解度和所收集样品实际测定结果拟订。